

Docket No.: 62807-175

**PATENT**

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re Application of	:	Customer Number: 20277
	:	
Kazutoshi KAJI, et al.	:	Confirmation Number:
	:	
Serial No.:	:	Group Art Unit:
	:	
Filed: March 24 2004	:	Examiner:
	:	
For: ELECTRON MICROSCOPE	:	

**CLAIM OF PRIORITY AND  
TRANSMITTAL OF CERTIFIED PRIORITY DOCUMENT**

Mail Stop Patent Application  
Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

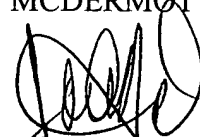
In accordance with the provisions of 35 U.S.C. 119, Applicants hereby claim the priority of:

**Japanese Patent Application No. 2003-080429, filed March 24, 2003**

cited in the Declaration of the present application. A Certified copy is submitted herewith.

Respectfully submitted,

MCDERMOTT, WILL & EMERY



John A. Hankins  
Registration No. 32,029

600 13<sup>th</sup> Street, N.W.  
Washington, DC 20005-3096  
(202) 756-8000 JAH:prg  
Facsimile: (202) 756-8087  
**Date: March 24, 2004**



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

62807-175  
Kaji et al.  
March 23, '04

McDermott, Will & Emery

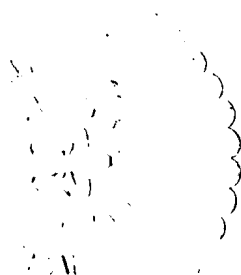
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 3 年 3 月 2 4 日

出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 0 8 0 4 2 9  
[ST. 10/C]: [ J P 2 0 0 3 - 0 8 0 4 2 9 ]

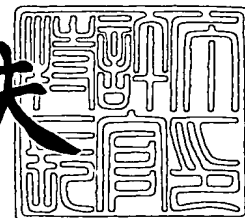
出 願 人  
Applicant(s): 株式会社日立ハイテクノロジーズ



2 0 0 4 年 3 月 2 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 1 5 5 6 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 NT03P0030

【提出日】 平成15年 3月24日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H01J 37/00

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県日立市大みか町七丁目 1 番 1 号 株式会社日立製作所 日立研究所内

【氏名】 鍛示 和利

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字市毛 8 8 2 番地 株式会社日立ハイテクノロジーズ 設計・製造統括本部 那珂事業所内

【氏名】 谷口 佳史

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字市毛 8 8 2 番地 株式会社日立ハイテクノロジーズ 設計・製造統括本部 那珂事業所内

【氏名】 砂子沢 成人

【特許出願人】

【識別番号】 501387839

【氏名又は名称】 株式会社日立ハイテクノロジーズ

【代理人】

【識別番号】 100068504

【弁理士】

【氏名又は名称】 小川 勝男

【電話番号】 03-3661-0071

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100086656

【弁理士】

【氏名又は名称】 田中 恭助

【電話番号】 03-3661-0071

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 081423

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 電子顕微鏡

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 電子線のエネルギーを分析することにより電子線エネルギー損失スペクトルを測定し、あるいは元素の分布状態を観察する電子線エネルギー損失分光装置を備えた電子顕微鏡において、

試料面上において前記電子顕微鏡の光軸から最大 13 マイクロメートル離れた場所に照射された電子線の電子線エネルギー損失スペクトルが、前記電子顕微鏡の光軸上に照射された電子線の電子線エネルギー損失スペクトルと比較して、エネルギーのずれ量が最大で 1 eV となることを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項 2】 電子線のエネルギーを分析する電子線分光部と、前記電子線分光部の上流側に、前記電子線分光部に前記電子線を入射させる電子線入射手段を有し、前記電子線分光部が形成するエネルギー分散面のエネルギー軸方向に、前記電子線分光部を出射する電子線の軌道を補正するための軌道補正手段を有する電子線エネルギー損失分光装置を備えたことを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項 3】 請求項 2 において、

前記電子線入射手段が少なくとも 1 段以上の偏向コイルで構成されることを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項 4】 電子線のエネルギーを分析する電子線分光部を有すると共に、前記電子線分光部の上流側と下流側にそれぞれ偏向コイルを配置した電子線エネルギー損失分光装置を備え、

前記電子線分光部の上流側に配置された偏向コイルは、電子線の光軸を法線とする面内で直交する 2 軸方向に 2 次元で電子線の軌道を補正し、前記電子線分光部の下流側に設置された偏向コイルは、前記電子線分光部の光軸を法線とする面内で電子線の軌道を補正し、補正する方向の内少なくとも 1 つの方向が、前記電子線分光部が形成するエネルギー分散面のエネルギー軸の方向となるように構成したことを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項 5】 請求項 2 において、

前記電子線分光部でエネルギー分析された電子線をエネルギーで選択するスリ

ットと、前記電子線入射手段及び前記軌道補正手段をそれぞれ構成する少なくとも 1 段以上の偏向コイルとを有し、

前記電子線分光部の下流側に配置される偏向コイルが前記スリットより上流側に設置されるように構成したことを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項 6】 請求項 2 において、

前記電子線分光部に電子線を入射させる電子線入射手段が少なくとも 1 段以上の偏向コイルで構成され、前記軌道補正手段が電子線の速度を加速もしくは減速することができる速度調整器で構成されることを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項 7】 請求項 6 において、

前記速度調整器を制御する電子線軌道補正制御部を有する電子顕微鏡。

【請求項 8】 請求項 2 において、

前記電子線入射手段が少なくとも 1 段以上の偏向コイルで構成され、前記軌道補正手段が電子線のエネルギーを分析する電子線分光部強度に、電子線の軌道を補正するために必要な電子線分光部強度を重畳させる電子線分光部強度調整器で構成されることを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項 9】 請求項 8 において、

前記電子線分光部強度調整器を制御する電子線軌道補正制御部を有する電子顕微鏡。

【請求項 10】 請求項 2 において、

前記電子顕微鏡は、走査透過型電子顕微鏡であることを特徴とする電子顕微鏡

。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は電子線エネルギー損失分光測定装置 (Electron Energy Loss Spectroscopy: EELS、エネルギーフィルタとも言う) を備えた電子顕微鏡に関する

。

【0002】

【従来の技術】

半導体素子や磁気ヘッド素子の微細化、小型化により、素子はサブミクロン程度の領域に数 nm（ナノメートル）の薄膜を積層した構造となっている。素子開発において、微小領域の構造、元素分布、結晶構造、化学結合状態を分析することは重要であり、一方で、素子構造全体を一度に観察できる程度に低倍率で観察することも必要である。

#### 【0003】

従来技術によるエネルギーフィルタを備えた走査透過型電子顕微鏡（Scanning Transmission Electron Microscope：STEM）については特許文献1がある。図6の概念構成図を参照して従来技術の説明をする。試料5に照射される電子線の位置は、電子線走査コイル3で偏向される。高倍率で観察する場合は、試料上の電子線が電子顕微鏡の光軸付近を通る電子線軌道を通る。低倍率で観察する場合は、試料上の電子線が電子顕微鏡の光軸付近のみならず、光軸から離れた電子線軌道も通る。投影レンズ7を透過した電子線に対して、磁場プリズム9より上流側に配置された2段の偏向コイル8を使って、電子線が通る電子線軌道を補正する。

#### 【0004】

従来技術では、試料5の位置での走査範囲が $0.75\mu\text{m}$ 、対物レンズ4の拡大率が20倍、投影レンズ7の拡大率が0.5倍の場合に、投影レンズ7の下流での電子線移動量は、軌道の補正無しで $7.5\mu\text{m}$ 、補正すると $0.5\mu\text{m}$ 程度まで小さくできる。

#### 【0005】

偏向コイル8によって軌道を補正された電子線は、磁場プリズム9に入射され、電子線のエネルギーが分析される。磁場プリズム9を出射した電子線は、磁場プリズム9のエネルギー分散面に電子線エネルギー損失スペクトルが形成され、電子線検出器13で電子線エネルギー損失スペクトルを計測する。拡大レンズ15を使って、電子線エネルギー損失スペクトルを拡大することで、スペクトルの形状等を詳細に検討することが出来る。

#### 【0006】

従来技術で電子線の軌道を補正した場合、電子線検出器13の位置での電子線

移動量は  $75\text{ }\mu\text{m}$  である。エネルギー分散が  $0.1\text{ eV}/25\text{ }\mu\text{m}$  の場合、 $75\text{ }\mu\text{m}$  の移動量は  $0.3\text{ eV}$  に相当する。しかし、試料 5 の位置での電子線の走査範囲が電子線の光軸から  $13\text{ }\mu\text{m}$  離れた位置まで走査する場合、電子線検出器 13 の位置での電子線移動量は  $1300\text{ }\mu\text{m}$ 、エネルギー分散が  $0.1\text{ eV}/25\text{ }\mu\text{m}$  の場合  $5.2\text{ eV}$  になる。

#### 【0 0 0 7】

##### 【特許文献 1】

特開 2001-93459 号公報（段落 0 0 3 4 - 0 0 3 7、図 1）

#### 【0 0 0 8】

##### 【発明が解決しようとする課題】

従来のエネルギーフィルタを備えた S T E M では、試料を透過した後からエネルギーフィルタに入射するまでの電子線の軌道に対して、低倍率でも観察できるように電子線の軌道を補正することが考慮されている。しかしながら、エネルギーフィルタを出射した電子線の軌道については考慮されていないため、上記のようにずれ量が拡大するといった問題がある。特に、特許文献 1 では、エネルギーフィルタの下流側にはスペクトルを拡大する電磁レンズが設置されているため、エネルギーのずれ量が顕在化する。

#### 【0 0 0 9】

本発明の目的は、従来技術の問題点を克服し、エネルギーフィルタを出射した電子線位置を補正し、低倍率においても高精度で電子線エネルギー損失スペクトルや元素分布観察を観察できる電子線エネルギー損失分光装置を備えた電子顕微鏡を提供することにある。

#### 【0 0 1 0】

##### 【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するための本発明は、電子線分光部（エネルギーフィルタ）の下流側において、電子線分光部のエネルギー分散面に形成される電子線エネルギー損失スペクトルのエネルギー軸方向に、電子線の軌道を高精度に補正することを特徴とする。

#### 【0 0 1 1】



本発明の電子顕微鏡は、電子線のエネルギーを分析する電子線分光部と、電子線分光部の上流側に電子線を電子線分光部に入射させる電子線入射手段と、電子線分光部が形成するエネルギー分散面のエネルギー軸方向に、電子線分光部から出射した電子線の軌道を補正するための軌道補正手段を有する電子線エネルギー損失分光装置を備える。

#### 【0012】

電子線分光部に電子線を入射させる電子線入射手段は、少なくとも1段以上の偏向コイルで構成され、電子線分光部を出射した電子線の軌道を補正する手段は電子線分光部の下流側に設置した少なくとも1段以上の偏向コイルで構成される。

#### 【0013】

あるいは、電子線分光部を出射した電子線の軌道を補正する手段が、電子線の速度を加速もしくは減速することができる速度調整器、または、電子線のエネルギーを分析する電子線分光部強度に、電子線の軌道を補正するために必要な電子線分光部強度を重畳させる電子線分光部強度調整器で構成される。

#### 【0014】

電子線分光部の上流側に配置された少なくとも1段以上の偏向コイルは、電子線の光軸を法線とする面内で直交する2軸方向に2次元で電子線の軌道を補正する。また、電子線分光部の下流側に設置された少なくとも1段以上の偏向コイルが補正する方向の内少なくとも1つの方向は、電子線分光部の光軸を法線とする面内であつ、電子線分光部が形成するエネルギー分散面のエネルギー軸の方向である。

#### 【0015】

本発明は、電子線エネルギー分光装置により電子線のエネルギーを分析することとで、電子線エネルギー損失スペクトルを計測したり、元素分布像を観察することができる電子顕微鏡である。特に、エネルギー分散した電子線の内、特定のエネルギー範囲の電子線を選択してスペクトル計測や元素分布観察をするために、電子線分光部を出射した電子線の軌道を補正する偏向コイル、または電子線の速度を加速もしくは減速することができる速度調整器を設置する。あるいは、電子

線のエネルギーを分析する電子線分光部強度に、電子線の軌道を補正するために必要な電子線分光部強度を重畳させる電子線分光部強度調整器をエネルギー選択スリットより上流側に設置する。

#### 【0016】

さらに、本発明は、電子線を試料上で走査する電子線走査部と、電子線分光部の上流側の電子線軌道補正手段と、電子線分光部の下流側の電子線軌道補正手段のそれぞれを、試料上の電子線位置に対応させて制御し、試料上の電子線位置毎に電子線エネルギー損失スペクトルを計測したり、元素分布像を観察し、それらを表示装置に表示する制御装置を有する走査透過電子顕微鏡である。

#### 【0017】

本発明によれば、試料面上において、電子顕微鏡の光軸から最大13マイクロメートル離れた場所に照射された電子線の電子線エネルギー損失スペクトルが、電子顕微鏡の光軸上に照射された電子線の電子線エネルギー損失スペクトルと比較して、エネルギーのずれ量が最大でも1eVとなる。

#### 【0018】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について図面を用いて詳細に説明する。図1は、一実施例による電子線エネルギー損失分光装置（エネルギーフィルタ11）を備えた走査透過型電子顕微鏡の主要部分の概略構成図である。

#### 【0019】

電子線発生源1で発生した電子線2は、対物レンズ4でプローブを形成され、試料5に照射される。試料5に照射される電子線の位置は、電子線走査コイル3で偏向される。高倍率で観察する場合には、試料上の電子線は電子顕微鏡の光軸17付近を通る電子線軌道を通る。投影レンズ7のクロスオーバー点が、電子線エネルギー損失分光装置11内の磁場プリズム9の前方焦点となる。試料5を透過した電子線は、磁場プリズム9に入射され、電子線のエネルギーが分析される。

#### 【0020】

磁場プリズム9を出射した電子線は、磁場プリズム9のエネルギー分散面に電

子線エネルギー損失スペクトルが形成され、電子線検出器 13 で電子線エネルギー損失スペクトルを計測する。拡大レンズ 15 を使って、電子線エネルギー損失スペクトルを拡大することで、スペクトルの形状等を詳細に検討することが出来る。

#### 【0021】

電子線検出器 13 に入射する電子線のエネルギーを選択するために、電子線検出器 13 より上流側に、エネルギー選択スリット 19 を設置する場合もある。

#### 【0022】

電子線検出器 13 は、例えば 1024 チャンネルで構成されている。各チャンネルに入射する電子線強度を検出することで、電子線エネルギー損失スペクトルを得ることが出来る。

#### 【0023】

電子線検出器 13 は、電子線エネルギー損失スペクトルの測定に限定するものではない。例えば、2 チャンネル以上で構成された電子線検出器であれば、それぞれのチャンネルに入射したエネルギーの異なる電子線を同時に計測し、検出器の補正（例えば、検出器の感度補正や暗電流補正等）を実施後、各チャンネルで検出した電子線強度を使って演算し、元素分布像を観察することが出来る。演算法については、文献（Egerton 著、「Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope」に記載のように、2 ウィンドウ法や 3 ウィンドウ法を用いれば元素の分布像を観察できる。

#### 【0024】

エネルギー選択スリット 19 を用いる場合には、電子線検出器 13 は、例えば 1 チャンネルで構成されても構わない。その場合、エネルギー選択スリット 19 の開口部を通過する電子線のエネルギー範囲を有する電子線を検出することで、電子線エネルギー損失スペクトルやエネルギーフィルタ像を観察する。

#### 【0025】

制御装置 21 は、STEM 制御部 30 とエネルギーフィルタ制御部 28 と、中央制御部 29 で構成される。STEM 制御部 30 は、試料上の電子線位置を制御したり、電子線を走査させる。エネルギーフィルタ制御部 28 は、エネルギーフィル

タ 11 の電子線エネルギー分析条件を制御する。例えば、エネルギーフィルタ 11 に用いている磁場プリズム 9 の励磁条件や、電子線エネルギー損失スペクトルのフォーカス条件や拡大条件、ドリフトチューブ 16 の印加電圧条件を制御する。ドリフトチューブ 16 は、磁場プリズム 9 に内蔵された管であり、その中を電子線が通過する。ドリフトチューブ 16 に印加する電圧で、電子線の速度を調整し、電子線検出器 13 上に観察対象元素の内殻電子励起に起因する内殻電子励起スペクトルをシフトさせる。

#### 【0026】

中央制御部 29 は、磁場プリズム 9 やフォーカスレンズ 10 等の制御パラメータ及び、測定する元素の固有の測定条件を保有するデータベース部 24 と、計測したスペクトルや観察した像を保存するメモリー部 27 を有する。また、電子線検出器 13 で検出した電子線エネルギー損失スペクトルを演算する演算部 23 を有し、STEM制御部 30 やエネルギーフィルタ制御部 28 を制御する。また、操作者が測定する元素等を入力する入力装置 31 や電子線エネルギー損失スペクトルや元素分布像を表示する表示装置 25 は、中央制御部 29 に接続されている。

#### 【0027】

なお、本発明における電子線入射手段は前段偏向コイル 8、軌道補正手段は後段偏向コイル 14 を一例としている。また、本発明の電子線軌道補正制御部は、電顕本体に前段偏向コイル 8 を制御する為の信号を送信する中央制御部 29 と、後段偏向コイル 14 を制御する為の信号を送信するエネルギーフィルタ制御装置 28 から構成される。

#### 【0028】

本実施例の装置を用いて低倍率で観察する場合には、試料上の電子線は電子顕微鏡の光軸 17 付近のみならず、光軸 17 から離れた電子線軌道も通ることになり、電子線の軌道を次のようにして補正する。

#### 【0029】

図 2 に電子軌道補正の概要を示す。図 2 で、電子線の軌道を補正しない場合の軌道を途中から破線で示し（A で指示する軌道）、電子線の軌道を補正する場合の軌道を実線で示す（B で指示する軌道）。軌道を補正しない場合、破線で示す

ように、エネルギーフィルタから出射した電子線は、電子線検出器 13 上において、光軸 17 上の電子線が入射する電子線検出器 13 の位置とは異なるチャンネルに入射する。このような状態では、正確な電子線エネルギー損失スペクトル計測ができない。

#### 【0030】

しかし、投影レンズ 7 を透過した電子線に対して、磁場プリズム 9 より上流側に配置された前段偏向コイル 8 と、下流側に設置された後段偏向コイル 14 を使って、電子線が通る電子線軌道を補正すると、実線で示すような軌道となる。特に、後段偏向コイル 14 が補正する軌道の方向の内、1つの方向は、磁場プリズム 9 が形成する電子線エネルギー損失スペクトルのエネルギー軸方向である。軌道を補正した電子線は、電子線検出器 13 上において、光軸 17 上の電子線が入射する電子線検出器 13 の位置と同じチャンネルに入射する。

#### 【0031】

このようにして、正確な電子線エネルギー損失スペクトルを計測できるが、後段偏向コイル 14 の代りに、ドリフトチューブ 16 や磁場プリズム 9 を用いて制御することでも可能である。これらを用いた制御において、中央制御部 29 は、STEM制御部 30 を用いて試料上の電子線位置を制御すると共に、試料上の電子線位置に対応して前段偏向コイル 8 と後段偏向コイル 14 それぞれの励磁条件、あるいは前段偏向コイル 8 の励磁条件とドリフトチューブ 16 の電圧印加条件、あるいは前段偏向コイル 8 の励磁条件と磁場プリズム 9 の励磁条件をそれぞれ制御する。

#### 【0032】

次に、電子線軌道の補正方法について詳細を述べる。最初に、試料上の電子線位置に対応して磁場プリズム 9 の前方焦点 18 や磁場プリズム 9 のエネルギー分散面での電子線の位置を説明する。

#### 【0033】

図 3 は電子線位置の相対関係を示す説明図である。図 3 (a) のように、試料面上において、光軸を原点、光軸に垂直な面内で直交する 2 軸を (x、y) とし、電子線の位置を (x<sub>i</sub>、y<sub>j</sub>) とする。対物レンズ 4 や投影レンズ 7 を透過し

た後、磁場プリズム 9 の前方焦点 18 における電子線の位置 ( $X_{i,j}$ 、 $Y_{i,j}$ ) は、式 (1) のように、試料面上の電子線位置と関係付けられる。

$$\begin{aligned} X_{i,j} &= a \times x_i + b \times y_j, \\ Y_{i,j} &= c \times x_i + d \times y_j \end{aligned} \quad \dots (1)$$

但し、図 3 (b) のように、磁場プリズム 9 の前方焦点 18 において、光軸に垂直な面内で直交する 2 軸を ( $X$ ,  $Y$ ) とする。係数  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$  は対物レンズ 4 や投影レンズ 7 の励磁条件により決定される装置固有の定数である。

#### 【0034】

エネルギーフィルタ 11 に入射した電子線は、磁場プリズム 9 により分散作用を受け、エネルギー分散面上にスペクトルを形成する。このとき、磁場プリズム 9 の前方焦点 18 での  $X$  方向が、エネルギー分散面のエネルギー分散方向 ( $E$  とする) に投影され、前方焦点 18 の  $Y$  方向がエネルギー分散面に垂直な電子線強度方向 ( $I$  とする) に投影されるよう、試料面上の 2 軸 ( $x$ ,  $y$ ) の方向を定める。

#### 【0035】

更に図 3 を説明すると、電子線の試料面上での位置及び、磁場プリズム 9 の前方焦点 18 とエネルギー分散面との位置関係を示している。(a) は試料面上で光軸上の原点  $A$  とその周辺の点  $B$ 、 $C$ 、 $D$ 、 $E$  を示す。(b) は磁場プリズム 9 の前方焦点 18 における投影図で、点  $A \sim E$  は光軸上の原点  $A-ob$  とその周辺の点  $B-ob \sim$  点  $E-ob$  に各々投影される。さらに、光軸上の原点  $A-ob$  とその周辺の点  $B-ob \sim$  点  $E-ob$  の各点は、エネルギー分散面上にそれぞれ投影される。

#### 【0036】

図 3 (c) に示すように、磁場プリズム 9 の前方焦点 18 上において、 $Y$  軸に平行な軸上の点は、エネルギー分散面上で同じエネルギーだけずれた所に投影される。点  $B-ob$  と点  $E-ob$ 、点  $C-ob$  と点  $D-ob$  がそれぞれ同じエネルギーの所に現れる。この関係は、式 (2) で現すことができる。

$$E_{i,j} = p \times X_{i,j} \quad \dots (2)$$

但し、 $p$  はエネルギーフィルタ 11 のエネルギー分散 ( $\text{eV}/\mu\text{m}$ ) や拡大率で決まる定数である。

## 【0037】

次に、試料上の電子線位置に対応した電子線軌道を補正するために、前段偏向コイル 8 と後段偏向コイル 14 を用いた制御法について説明する。

## 【0038】

前段偏向コイル 8 の動作原理は、基本的には式 (1) で表わした、磁場プリズム 9 の前方焦点 18 上での電子線位置 ( $X_{i,j}$ ,  $Y_{i,j}$ ) を (0, 0) に近づけることである。しかし、低倍率で観察する場合、電子線がエネルギーフィルタ 11 の磁場プリズム 9 に入射する条件を最優先する必要がある、その場合、電子線強度が減少せず、光軸上と同程度であるように、前段偏向コイル 8 を設定すれば良い。その場合、制御後の磁場プリズム 9 の前方焦点 18 上での電子線位置 ( $X_{c,i,j}$ ,  $Y_{c,i,j}$ ) は、式 (3) の関係となる。

$$\begin{aligned} X_{c,i,j} &= m_p \times X_{i,j}, \\ Y_{c,i,j} &= n_p \times Y_{i,j} \end{aligned} \quad \dots (3)$$

但し、 $0 \leq m_p, n_p < 1$  である。

## 【0039】

前段偏向コイル 8 は、光軸に垂直な面内で直交する 2 軸方向に、電子線の軌道を偏向する。したがって、試料面上の各位置において、( $X_{i,j} - X_{c,i,j}$ ,  $Y_{i,j} - Y_{c,i,j}$ ) だけ電子線の軌道を補正する条件が、前段偏向コイル 8 の励磁条件である。そして、前段偏向コイル 8 の制御は、試料面上の電子線位置に同期させて制御する必要がある。

## 【0040】

このようにして前段偏向コイル 8 を用いて磁場プリズム 9 の前方焦点 18 での電子線位置を ( $X_{c,i,j}$ ,  $Y_{c,i,j}$ ) に制御すると、磁場プリズム 9 のエネルギー分散面でのエネルギーのずれ  $E_c$  は式 (4) となる。

$$E_{c,i,j} = p \times X_{c,i,j} \quad \dots (4)$$

このような条件において、後段偏向コイル 14 は、式 (4) で表わされるエネルギーずれ ( $E_{c,i,j}$ ) をゼロにするように制御すれば良い。式 (1)、(3)、(4) より、 $E_{c,i,j}$  も試料 ( $x_i, y_j$ ) の関数であることから、後段偏向コイル 14 の制御は、試料面上の電子線位置に同期させて制御する必要がある。

**【0041】**

したがって、試料上の電子線位置に対応して前段偏向コイル 8 の励磁条件と後段偏向コイル 14 を用いて、電子線の軌道を制御する場合、中央制御部 29 から試料上の電子線位置を制御するための信号を STEM 制御部 30 に送信すると同時に、電顕本体に前段偏向コイル 8 を制御する為の信号と、エネルギーフィルタ制御部 28 に後段偏向コイル 14 を制御する為の信号を送信する。

**【0042】**

次に、電子線の軌道を補正する手段として、前段偏向コイル 8 とドリフトチューブ 16 を制御する場合について説明する。

**【0043】**

本来、ドリフトチューブ 16 の機能は、計測する元素固有のスペクトルを、電子線検出器 13 の所定の位置にシフトさせることである。ドリフトチューブ 16 の初期設定条件は、光軸上の電子線が電子線検出器 13 の所定の位置で検出されるように調整した状態である。低倍率で観察する場合、前段偏向コイル 8 の動作は、後段偏向コイル 14 を用いる場合と同じである。

**【0044】**

エネルギー分散面上でのエネルギーのずれ ( $E_{c,i,j}$ ) は、式 (4) で表わすことができる。このずれを補正するためには、式 (4) で表わされるエネルギーをそのまま電圧 ( $\Delta E = E_{c,i,j}$  とする) に変換し、 $E_{c,i,j}$  とは逆符号の電圧 ( $\Delta E$ ) をドリフトチューブ 16 に印可すれば良い。当然、 $E_{c,i,j}$  は試料 ( $x_i, y_j$ ) の関数であることから、ドリフトチューブ 16 に印加する  $\Delta E$  の制御も、試料面上の電子線位置と同期させなければならない。つまり、中央制御部 29 から試料上の電子線位置を制御するための信号を STEM 制御部 30 に送信すると同時に、ドリフトチューブ 16 の印加電圧を制御するためにエネルギーフィルタ制御部 28 と、前段偏向コイル 8 を制御する為に電顕本体に信号を送信する。

**【0045】**

また、試料上の電子線位置に対応して前段偏向コイル 8 の励磁条件とエネルギーフィルタ 11 に用いている磁場プリズム 9 の励磁条件を制御することでも、低倍率の観察が可能となる。



## 【0046】

本来、磁場プリズム9は電子線のエネルギーを分析するものである。低倍率観察においては、式(4)で現されるエネルギーのずれ( $E_{c\_i,j}$ )を、磁場プリズム9の励磁条件に換算して制御する。当然、 $E_{c\_i,j}$ は試料面上の電子線位置( $x\_i, y\_j$ )の関数であることから、磁場プリズムに印加する励磁条件の制御は、試料面上の電子線位置と同期させる。つまり、中央制御部29から試料上の電子線位置を制御するための信号をSTEM制御部30に送信すると同時に、磁場プリズムの励磁条件を制御するためにエネルギーフィルタ制御部28と、前段偏向コイル8を制御する為に電顕本体に信号を送信することで制御する。

## 【0047】

本実施例では、磁場プリズム9によって形成される電子線エネルギー損失スペクトルは、磁場プリズム9の電子線の回転半径が100mmの場合、 $1\text{ eV}/\mu\text{m}$ 程度になる。これを拡大磁場レンズ15で100倍に拡大すると、電子線エネルギー損失スペクトルのエネルギー分散は $0.01\text{ eV}/\mu\text{m}$ となる。25 $\mu\text{m}$ /チャンネルのマルチチャンネルプレートアレイを電子線検出器13として用いれば $0.25\text{ eV}/\text{チャンネル}$ となる。

## 【0048】

次に、スペクトル測定時の制御装置21内の動作について説明する。操作者が入力装置31を使って、観測したい元素を入力すると、中央制御部29はデータベース部24から該当する元素情報を引き出し、元素情報に含まれる各元素固有の測定条件をエネルギーフィルタ制御部28に出力する。エネルギーフィルタ制御部28では、測定条件に基づきフォーカス調整用磁場レンズ10、拡大磁場レンズ15、ドリフトチューブ16、磁場プリズム9を制御し、元素固有のエネルギーを含むエネルギー範囲の電子線を電子線検出器13に入射させる。

## 【0049】

電子線検出器13の各チャンネルの電子線強度信号は、電子線エネルギー損失スペクトルとなる。電子線検出器13からの電子線強度信号は、演算部23でスペクトルのバックグラウンド補正や電子線検出器のゲイン補正等を行う。演算後のスペクトルはメモリー部27に記憶され、かつ表示装置25で表示される。この

ような一連の処理によって操作者はスペクトルや元素分布像を取得することができる。

#### 【0050】

図4は、エネルギーフィルタで分析された電子線を測定した結果を示す説明図である。本実施例の走査透過電子顕微鏡を用いて、試料位置での電子線を光軸17から13 $\mu$ m離れる位置にまで走査する倍率で測定した電子線エネルギー損失スペクトルを示す一例である。但し、実際には試料位置に試料を設置せず、電子線は対物レンズを通過するだけである。前段偏向コイルは1段で構成されている。

#### 【0051】

図4(a)は軌道を補正しないで従来の電子顕微鏡で測定した結果、図4(b)は前段偏向コイル8だけを使って電子線の軌道を補正して測定した結果である。図4(c)は前段偏向コイル8と後段偏向コイル14を使って電子線の軌道を補正して測定した結果である。図4(a)と(b)に示す各グラフは、5個のスペクトルをわかりやすくする為に、各スペクトルを縦軸方向にずらして表示してある。電子線の軌道補正効果を示す為に、試料位置での電子線は、図4(d)に示すように、基準となる光軸17上のAと、補正効果を検証するための観察範囲周辺の4箇所B、C、D、E、の合計5箇所に移動させた。

#### 【0052】

従来の電子顕微鏡では、試料位置での電子線が光軸17から大きく離れるために、投影レンズ7を透過した電子線も光軸17から大きく離れる。その結果、電子線はエネルギーフィルタ11に入射することが出来ず、図4(a)に示すように、電子線検出器13では観察範囲周辺の4箇所の電子線を検出することが出来ない。

#### 【0053】

本実施例の電子顕微鏡を用いて、前段偏向コイル8だけを使って電子線の軌道を補正すると、図4(b)に示すように、投影レンズ7を透過した電子線をエネルギーフィルタ11に入射させることが出来る。合計4個のスペクトルの強度がほぼ等しいことから、投影レンズ7を透過した電子線が途中で遮られることな

く、エネルギーフィルタ 11 に入射したことがわかる。しかし、同一のエネルギーを有するピークが、試料位置での電子線位置によって、異なるエネルギー値の所に現れている。

#### 【0054】

本実施例の電子顕微鏡を用いて、前段偏向コイル 8 で磁場プリズム 9 に入射させた後、後段偏向コイル 14 を使って、磁場プリズム 9 を出射した電子線の軌道を、特にエネルギー軸方向に精度よく補正して測定した結果が図 4 (c) である。試料位置での観察視野周辺部に電子線が位置する場合と、光軸 17 上に電子線が位置する場合を比較すると、そのエネルギーのずれは最大で 0.5 eV まで小さくできることがわかる。

#### 【0055】

このように、磁場プリズム 9 より上流側の前段偏向コイル 8 だけではなく、磁場プリズム 9 より下流側に後段偏向コイル 14 を配置し、それぞれの偏向コイルを制御することによって、高精度の電子線エネルギー損失スペクトルを測定できることがわかる。光軸から 13 マイクロメートル離れた場所に電子線をシフトさせることは、5000 倍の観察倍率でスペクトルや像を観察することに相当する。

#### 【0056】

図 5 は、本実施例の走査透過電子顕微鏡を用いて、酸素の元素分布像を観察した一例である。観察した試料は、シリコン基板上に、膜厚が 15 nm のシリコン酸化膜を 2 層積層したものである。電子線の軌道補正は、磁場プリズム 9 の上流側は前段偏向コイル 8 で行い、磁場プリズム 9 を出射した電子線に対しては、ドリフトチューブ 16 を用いて、電子線エネルギー損失スペクトルのエネルギー軸方向に補正を行っている。ドリフトチューブ 16 に印加する電圧は、試料位置での電子線の位置により定められた値を逐次用いる。電子線の位置毎に定められた電圧の値は、メモリー部 27 に記憶されている。

#### 【0057】

図 5 (a) は観察倍率 50 万倍の高倍率で酸素の分布を観察した結果、図 5 (b) は観察倍率 5000 倍で、電子線の軌道を補正せずに観察した結果、図 5 (c) は前述の手段で電子線の軌道を補正して観察した結果である。図 5 (b) と

(c) の画像中央部では、2本のシリコン酸化膜を明瞭に識別して観察できる。しかし、図5(b)の画像周辺部では、シリコン酸化膜は観察することができない。一方、図5(c)の画像周辺部では、シリコン酸化膜を明瞭に観察することができる。

#### 【0058】

このように、本実施例の走査透過電子顕微鏡を用いれば、観察倍率が低倍率でも、明瞭な元素分布像を観察することができる。

#### 【0059】

#### 【発明の効果】

本発明によれば、電子線エネルギー分光装置を備えた電子顕微鏡において、試料面上の電子線の位置が、電子顕微鏡の光軸より大きく離れた場合でも、高精度な電子線エネルギー損失スペクトルや元素分布像を観察できる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【図1】

本発明の一実施例による電子線エネルギー分光装置を備えた電子顕微鏡の概略構成図。

#### 【図2】

電子線の軌道を補正する様子を示す概略図。

#### 【図3】

電子線位置の相対関係を示す説明図。

#### 【図4】

従来例と本実施例による電子線エネルギー損失スペクトルを示す説明図。

#### 【図5】

従来例と本実施例による酸素分布を観察した結果を示す観察図。

#### 【図6】

従来のエネルギーフィルタを備えた走査透過型電子顕微鏡の概略図。

#### 【符号の説明】

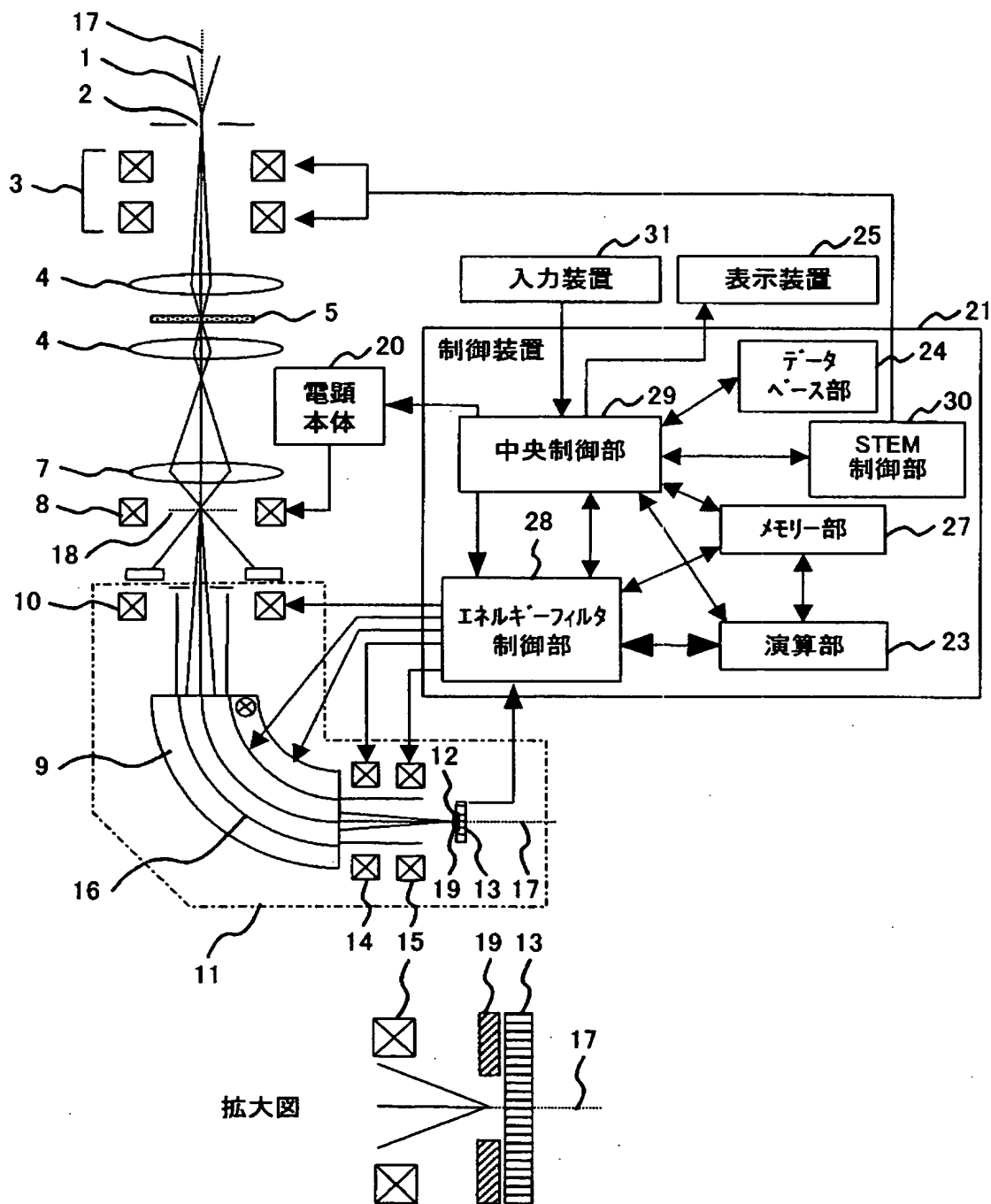
1…電子線源、2…電子線、3…電子線走査コイル、4…対物レンズ、5…試料、7…投影レンズ、8…前段偏向コイル、9…磁場プリズム、10…フォーカ

スレンズ、11…エネルギーフィルタ、12…エネルギー分散面、13…電子線検出器、14…後段偏向コイル、15…拡大磁場レンズ、16…ドリフトチューブ、17…光軸、18…磁場プリズムの前方焦点、19…エネルギー選択スリット、20…電顕本体、21…制御装置、23…演算部、24…データベース部、25…表示装置、27…メモリー部、28…エネルギーフィルタ制御部、29…中央制御部、30…STEM制御部、31…入力装置。

【書類名】 図面

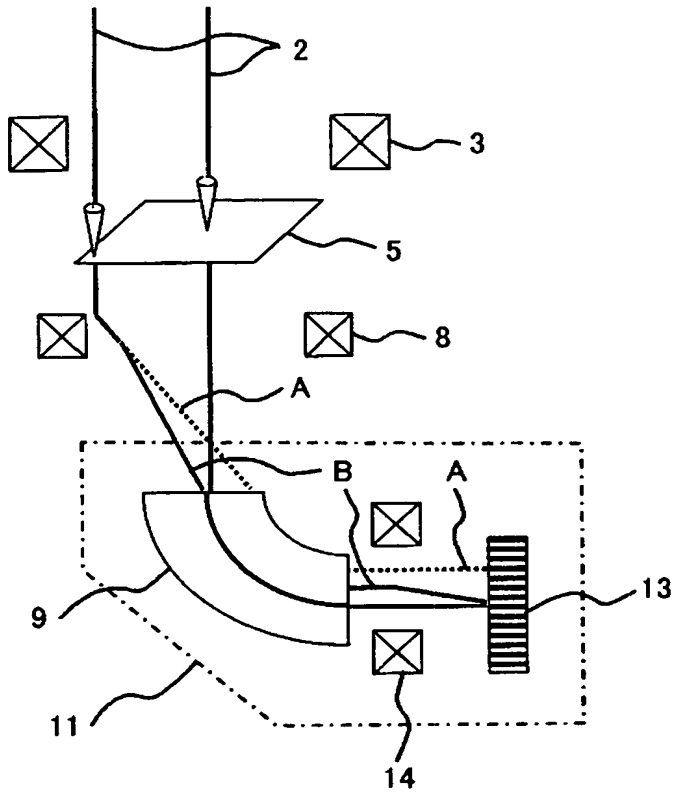
【図 1】

図 1



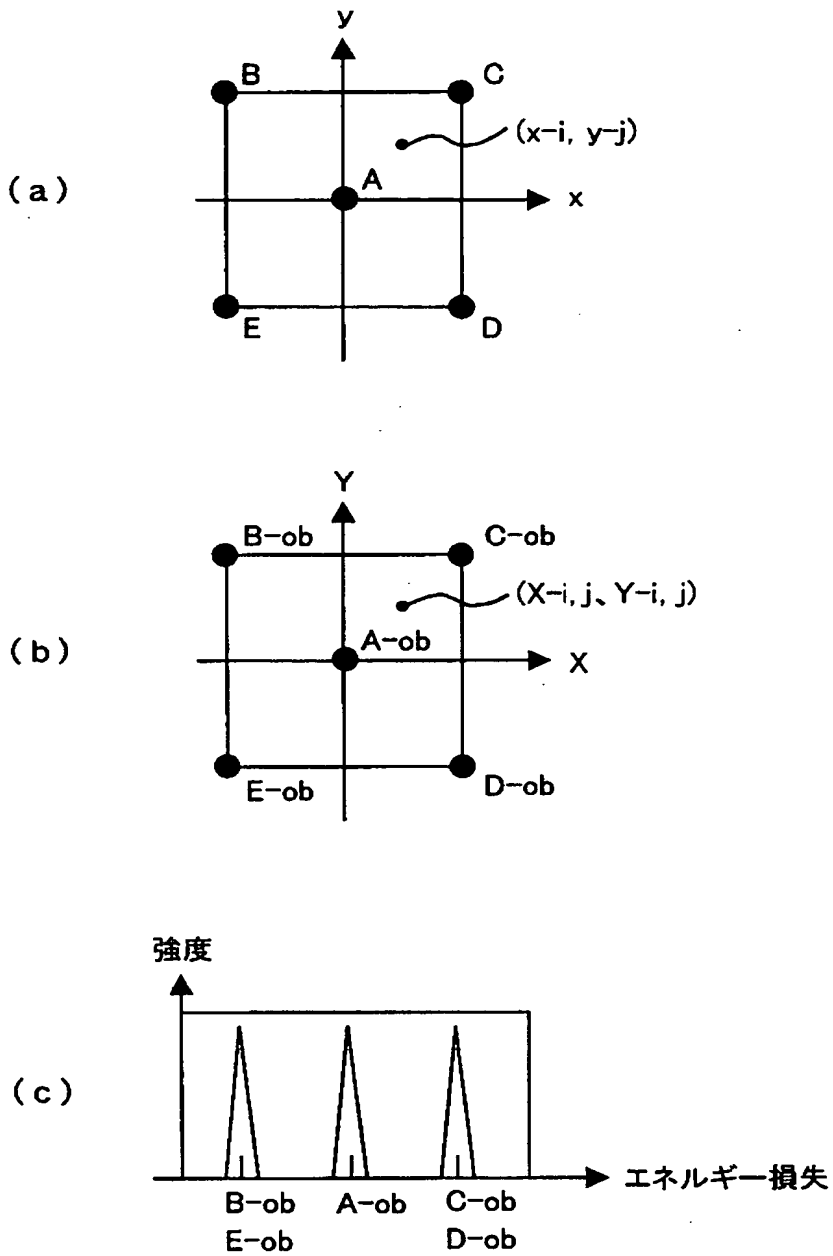
【図 2】

図 2



【図 3】

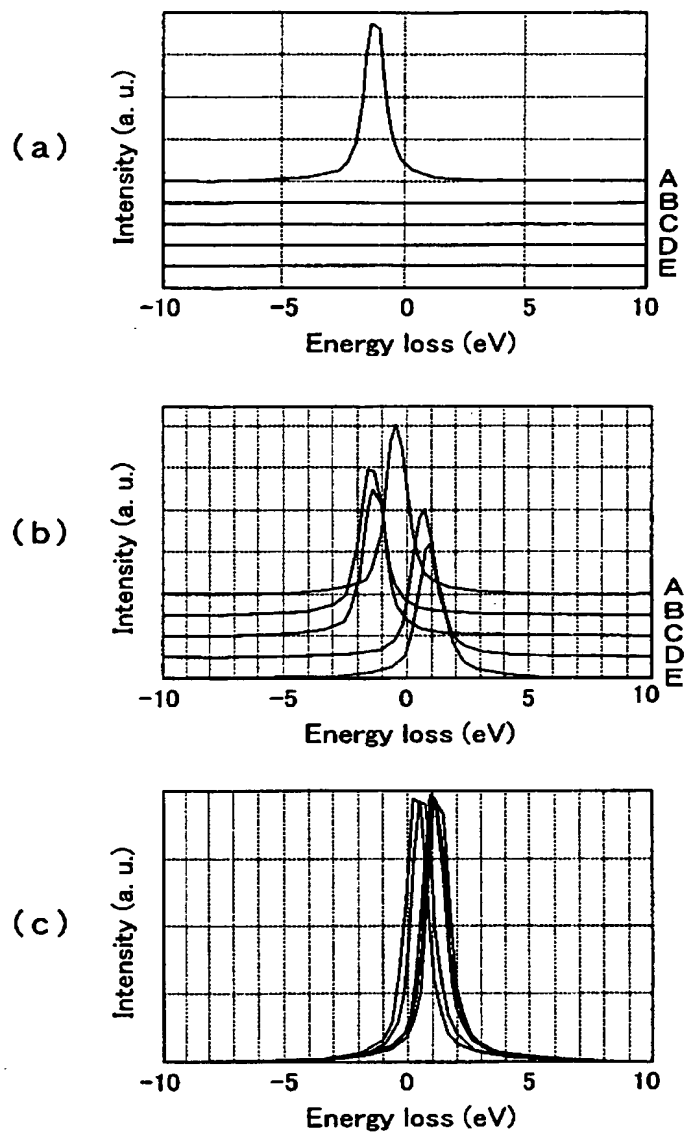
図 3



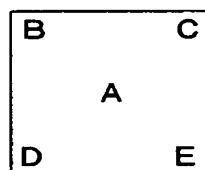


【図 4】

図 4



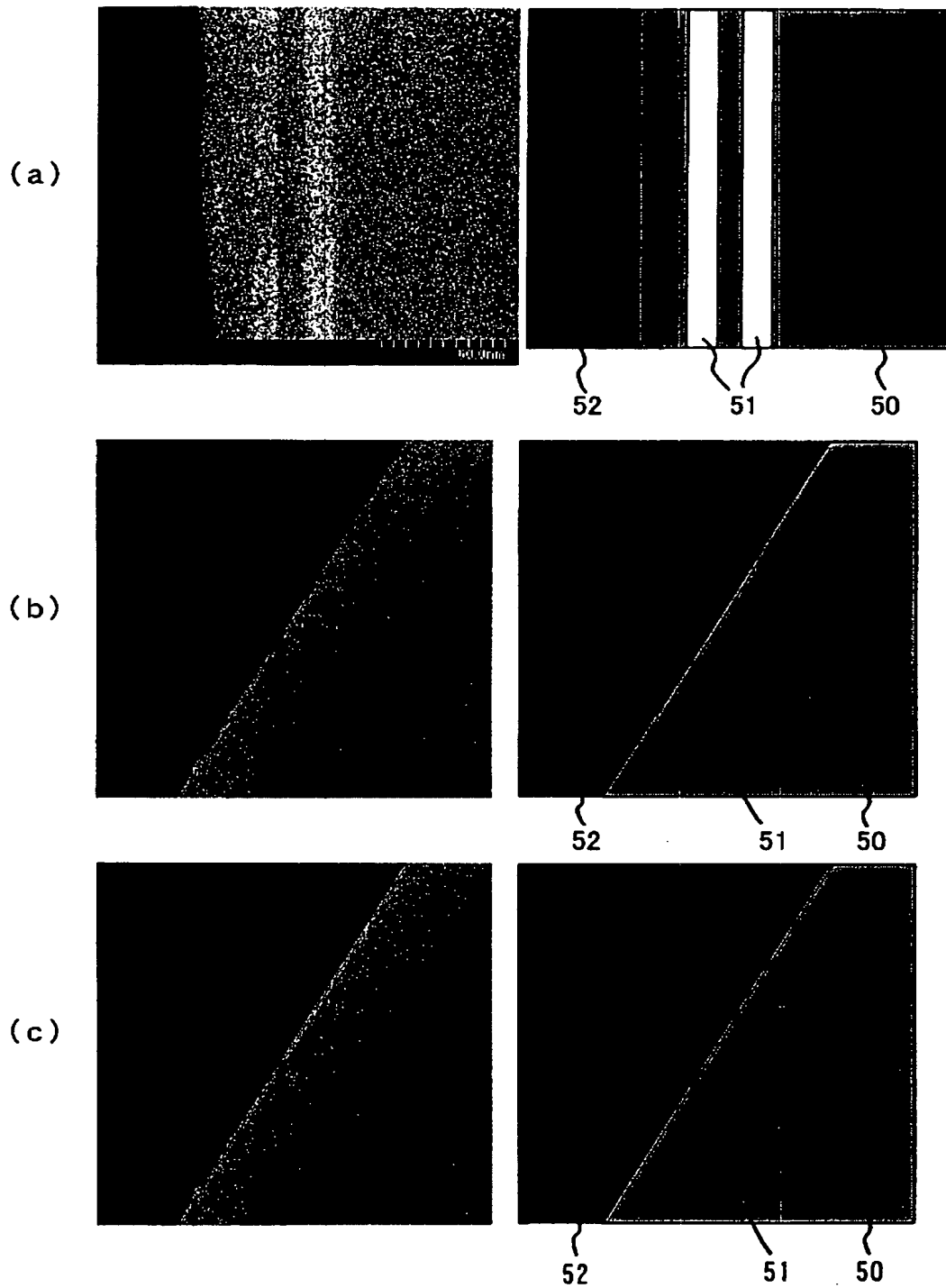
(d) 測定場所



BEST AVAILABLE COPY

【図 5】

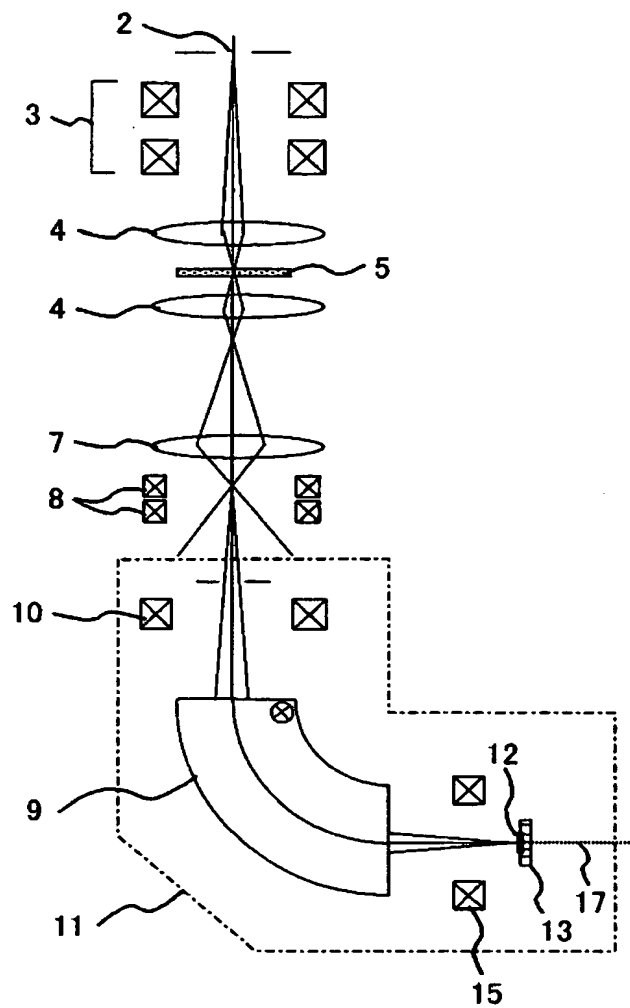
図 5



BEST AVAILABLE COPY

【図 6】

図 6



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 低倍率では精度の良くないスペクトルや元素分布像が観測される。

【解決手段】 走査透過型の電子顕微鏡に電子線エネルギー分析装置（エネルギーフィルタ）11を備え、電子線エネルギー損失スペクトルや元素分布像を観察する。試料面上の電子線位置に対応して電子軌道を補正する手段として、磁場プリズム9より上流側に光軸を法線とする面内で電子軌道を補正しエネルギーフィルタに電子線を入射させる偏向コイル8と、磁場プリズム9によって形成されるエネルギー分散面12のエネルギー軸方向に電子線の軌道を補正する偏向コイル14を備え、制御装置21から偏向コイル8、14の励磁条件を制御する。低倍率でも、エネルギー精度の高い電子線エネルギー損失スペクトルや元素分布像を観察できる。

【選択図】 図1

特願 2 0 0 3 - 0 8 0 4 2 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 5 0 1 3 8 7 8 3 9 ]

1. 変更年月日 2 0 0 1 年 1 0 月 3 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都港区西新橋一丁目 2 4 番 1 4 号

氏 名 株式会社日立ハイテクノロジーズ